

(19)日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11)特許出願公開番号  
特開2000-309704  
(P2000-309704A)

(43)公開日 平成12年11月7日(2000.11.7)

(51)Int.Cl. <sup>7</sup>	識別記号	F I	テーマコード*(参考)
C 0 8 L 79/08		C 0 8 L 79/08	Z 4 F 0 0 6
C 0 8 J 5/00	CEW	C 0 8 J 5/00	CEW 4 F 0 7 1
	CFH		CFH 4 H 0 1 7
7/04	CEW	7/04	CEWZ 4 J 0 0 2
	CFH		CFHZ 4 J 0 3 8

審査請求 未請求 請求項の数17 O L (全 11 頁) 最終頁に続く

(21)出願番号 特願平11-117265

(22)出願日 平成11年4月23日(1999.4.23)

(71)出願人 000002853

ダイキン工業株式会社  
大阪府大阪市北区中崎西2丁目4番12号  
梅田センタービル

(72)発明者 川口 晴司

大阪府摂津市西一津屋1番1号 ダイキン  
工業株式会社淀川製作所内

(72)発明者 野口 剛

大阪府摂津市西一津屋1番1号 ダイキン  
工業株式会社淀川製作所内

(74)代理人 100065226

弁理士 朝日奈 宗太 (外1名)

最終頁に続く

(54)【発明の名称】 架橋性エラストマー用フィラーおよびそれを含有する架橋性エラストマー組成物

(57)【要約】

【課題】 極めて異物の混入を嫌う半導体製造装置における封止のためのシール材など用の組成物に配合する、酸素プラズマ照射および $CF_4$ プラズマ照射のいずれにおいても重量変化が小さいフィラーおよび架橋性エラストマー組成物を提供する。

【解決手段】 酸素プラズマ照射および $CF_4$ プラズマ照射前後の重量変化がいずれも $4\text{mg}/\text{cm}^2 \cdot \text{hr}$ 以下であるイミド構造を有する架橋性エラストマー用のフィラー、および該フィラーとフッ素系エラストマーなどの架橋性エラストマーとからなる架橋性エラストマー組成物。

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 流量200sccm、圧力280ミリトル、RF電力400Wおよび照射時間54分間の条件で測定した酸素プラズマ照射およびCF<sub>4</sub>プラズマ照射前後の重量変化がいずれも4mg/cm<sup>2</sup>・hr以下である架橋性エラストマー用のフィラー。

【請求項2】 重量変化が1mg/cm<sup>2</sup>・hr以下である請求項1記載のフィラー。

【請求項3】 主鎖に熱的、化学的に安定な芳香族環を有し耐熱温度150℃以上である請求項1または2記載のフィラー。

【請求項4】 主鎖中にアミド結合をもつ合成高分子化合物またはイミド結合をもつ合成高分子化合物からなる請求項1～3のいずれかに記載のフィラー。

【請求項5】 請求項1～4のいずれかに記載のフィラーと架橋性エラストマーとを含む架橋性エラストマー組成物。

【請求項6】 前記架橋性エラストマー100重量部に対して前記フィラーを1～150重量部含有する請求項5記載の架橋性エラストマー組成物。

【請求項7】 架橋性エラストマーが、フッ素系エラストマーまたはシリコン系エラストマーである請求項5または6記載の架橋性エラストマー組成物。

【請求項8】 請求項5～7のいずれかに記載の架橋性エラストマー組成物からなる成形用架橋性エラストマー材料。

【請求項9】 前記架橋性エラストマー100重量部に対して前記フィラーを1～150重量部および架橋剤を0.05～10重量部含有する請求項8記載の成形用架橋性エラストマー材料。

【請求項10】 架橋性エラストマーが、フッ素系エラストマーまたはシリコン系エラストマーである請求項8または9記載の成形用架橋性エラストマー材料。

【請求項11】 請求項8～10のいずれかに記載の成形用架橋性エラストマー材料を架橋成形して得られる成形品。

【請求項12】 半導体製造装置における封止のためのシール材である請求項11記載の成形品。

【請求項13】 請求項5～7のいずれかに記載の架橋性エラストマー組成物からなるコーティング用架橋性エラストマー材料。

【請求項14】 前記架橋性エラストマー100重量部に対して前記フィラーを1～150重量部および架橋剤を0.1～10重量部含有する請求項13記載のコーティング用架橋性エラストマー材料。

【請求項15】 架橋性エラストマーが、フッ素系エラストマーまたはシリコン系エラストマーである請求項13または14記載のコーティング用架橋性エラストマー材料。

【請求項16】 請求項13～15のいずれかに記載の

コーティング用架橋性エラストマー材料をエラストマー性成形物の表面にコーティングしたのち架橋して得られる被覆成形品。

【請求項17】 半導体製造装置における封止のためのシール材である請求項16記載の被覆成形品。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、半導体の製造工程で必ず曝される酸素(O<sub>2</sub>)プラズマ処理およびCF<sub>4</sub>プラズマ処理に対して重量変化が共に小さく、プラズマ処理において異物(パーティクル)の発生を顕著に抑制し得るフィラーおよび該フィラーを含有する架橋性エラストマー組成物、ならびに該組成物を用いた各種材料および各種最終製品に関する。

## 【0002】

【従来の技術】半導体や液晶の製造では、シリコンウェハーなどのCVDやドライエッチング、アッシングなどの段階で酸素プラズマおよびCF<sub>4</sub>プラズマなど種々のプラズマを使用した各種の処理がなされている。こうしたプラズマ使用する処理装置では種々の連結部分や可動部分に封止のためにエラストマー性のシール材が使用されている。これらのシール材にはシール性だけではなく、微細化や基板ウェハーの大型化により、高密度(10<sup>12</sup>～10<sup>13</sup>/cm<sup>3</sup>)という厳しいプラズマ処理条件に耐えられ、極めて精密な加工が要求される半導体を汚染しないことが要求される。このような要求に対応できるシール材のエラストマー性の材料として架橋性のフッ素系エラストマーおよびシリコン系エラストマーが採用されている。

【0003】ただ、エラストマー単独ではいかに架橋したとしても十分な機械的強度が得られないため、通常、有機または無機フィラーが配合されている。しかしフィラーといえども前記の性能(分解して異物を発生しないなど)が要求され、どのようなフィラーでもよいわけではない。従来から使用または提案されているフィラーには、カーボンブラック、シリカ(特許第2783576号公報、特許第2858198号公報)、ポリテトラフルオロエチレン(PTFE)粉末、酸化チタン粉末、クレイ、タルク、硫酸バリウムなどがある。

## 【0004】

【発明が解決しようとする課題】しかしこれらのフィラーは、酸素プラズマ処理では安定であるがCF<sub>4</sub>プラズマ処理では分解して重量減少を生じてしまったり(シリカ、酸化チタンなど)、逆に、CF<sub>4</sub>プラズマ処理では安定であるが酸素プラズマ処理では分解して重量減少を生じてしまう(カーボンブラック、PTFE粉末)。フィラーがプラズマ照射により重量変化、特に重量減少を生じるとは、減少した部分が何らかの形で半導体や液晶に不要な異物として悪影響を与えていることは確実である。そこで前記のような各種のフィラーが提案されて

いるのであるが、プラズマの種類が異なれば重量変化の状況も変わってしまい、両プラズマ処理で共に安定なフィラーは知られていない。

【0005】本発明は、酸素プラズマ処理および $\text{CH}_4$ プラズマ処理のいずれの処理に対しても安定で重量減少が極めて少ないフィラーおよびこのフィラーと架橋性エラストマーとを含む架橋性エラストマー組成物などを提供することを目的とする。

【0006】

【課題を解決するための手段】すなわち本発明は、流量200sccm、圧力280ミリトル、RF電力400Wおよび照射時間54分間の条件で測定した酸素プラズマ照射および $\text{CF}_4$ プラズマ照射前後の重量変化がいずれも $4\text{mg}/\text{cm}^2 \cdot \text{hr}$ 以下、好ましくは $1\text{mg}/\text{cm}^2 \cdot \text{hr}$ 以下である架橋性エラストマー用のフィラーに関する。

【0007】かかるフィラーとしては、主鎖に熱的、化学的に安定な芳香族環を有し耐熱温度 $150^\circ\text{C}$ 以上であるもの、特に主鎖中にアミド結合をもつ合成高分子化合物またはイミド結合をもつ合成高分子化合物からなるものが好ましい。

【0008】本発明のフィラーの形状は特に限定されず、繊維状、粒子状、薄片状などの種々の形状で利用できる。

【0009】本発明は、さらに上記のフィラーと架橋性エラストマーとを含む架橋性エラストマー組成物に関する。

【0010】この架橋性エラストマー組成物は、前記架橋性エラストマー100重量部に対して前記フィラーを1~150重量部含有するものが好ましく、また架橋性エラストマーがフッ素系エラストマーまたはシリコン系エラストマーであることが好ましい。

【0011】また、この架橋性エラストマー組成物は成形用架橋性エラストマー材料として、またはコーティング用架橋性エラストマー材料として利用できる。

【0012】成形用材料とするときは、前記架橋性エラストマー100重量部に対して前記フィラーを1~150重量部および架橋剤を0.05~10重量部含有したものが好ましい。

【0013】コーティング用材料とするときは、前記架橋性エラストマー100重量部に対して前記フィラーを1~150重量部および架橋剤を0.1~10重量部含有したものが好ましい。

【0014】さらにまた本発明は、成形用架橋性エラストマー材料を架橋成形して得られる成形品、特に半導体製造装置における封止のためのシール材に関する。

【0015】また本発明は、コーティング用架橋性エラストマー材料をエラストマー性成形物の表面にコーティングしたのち架橋して得られる被覆成形品、特に半導体製造装置における封止のためのシール材に関する。

【0016】

【発明の実施の形態】本発明の架橋性エラストマー用のフィラーは、前記の条件で測定した酸素プラズマ照射および $\text{CF}_4$ プラズマ照射前後の重量変化がいずれも $4\text{mg}/\text{cm}^2 \cdot \text{hr}$ 以下である。

【0017】基準としたプラズマ照射条件は、半導体製造の実際の処理環境を念頭に設定しており、これらの条件下での結果は半導体の製造現場での状況を反映しているものと考えている。かかる照射条件での重量変化は、好ましくは $1\text{mg}/\text{cm}^2 \cdot \text{hr}$ 以下である。

【0018】本発明のフィラーに該当する物質としては、たとえばポリイミド、ポリアミドイミド、ポリエーテルイミドなどのイミド構造を有するイミド系フィラー；ポリアリレート、ポリスルホン、ポリエーテルスルホン、ポリフェニレンスルフィド、ポリエーテルエーテルケトン、ポリオキシベンゾエートなどの耐熱温度が $150^\circ\text{C}$ 以上のエンジニアリングプラスチック製の有機物フィラーなどがあげられる。

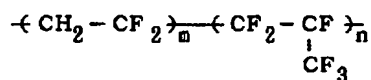
【0019】これらのうち、前記式(I)で示されるイミド系フィラーが、耐熱性、低含有金属性、低アウトガス性の点から好ましい。

【0020】かかるフィラーは架橋性エラストマーに配合されて架橋性エラストマー組成物となる。架橋性エラストマーとしては、フッ素系エラストマー、シリコン系エラストマーなどが使用できるが、耐熱性の点からフッ素系エラストマーが好ましい。

【0021】本発明に好適に使用され得るフッ素系エラストマーとしては、従来からシール材用、特に半導体製造装置のシール材用に用いられているものであれば特に制限はなく、たとえば式(I)：

【0022】

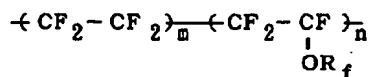
【化1】



【0023】(式中、mは85~60、nは15~40)もしくは式(II)：

【0024】

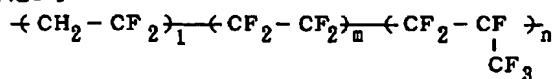
【化2】



【0025】(式中、mは95~50、nは5~50、 $\text{R}_f$ は炭素数1~8のパーフルオロアルキル基)で示される2元共重合体ゴム、式(III)：

【0026】

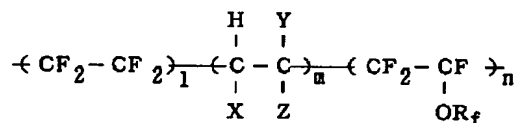
【化3】



【0027】(式中、1は85~20、mは0~40、nは15~40)で示される3元共重合体ゴム、式(I V) :

【0028】

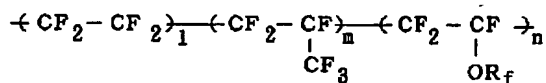
【化4】



【0029】(式中、1は95~45、mは0~10、nは5~45、X、YおよびZはそれぞれ独立してフッ素原子または水素原子、R<sub>f</sub>は炭素数1~8のパーフルオロアルキル基)で示される3元共重合体ゴム、式(V) :

【0030】

【化5】



【0031】(式中、1は95~35、mは0~30、nは5~35、R<sub>f</sub>は炭素数1~8のパーフルオロアルキル基)で示される3元共重合体ゴムなどがあげられる。これらの中でも、耐薬品性、耐熱性、耐プラズマ性という点から、式(I)もしくは式(II)で示される2元共重合体ゴム、または式(III)で示される3元共重合体ゴムを用いるのが好ましい。

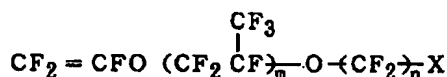
【0032】さらに、本発明におけるフッ素ゴム系シート材を構成するフッ素ゴムとしては、エラストマー性セグメントである共重合体と非エラストマー性セグメントである共重合体との共重合体もあげられる。

【0033】エラストマー性セグメントとは、非晶性でかつガラス転移点が25℃以下であるセグメントを示し、具体的に好ましい組成としては、たとえばTFE/PAVE/硬化部位を与える単量体(45~90/10~50/0~5、モル%、以下同様)、さらに好ましい組成は45~80/20~50/0~5、特に53~70/30~45/0~2である。

【0034】硬化部位を与える単量体としては、たとえばフッ化ビニリデン、CX<sub>2</sub>=CX-R<sub>f</sub><sup>3</sup>CHRI(式中、XはH、FまたはCH<sub>3</sub>、R<sub>f</sub><sup>3</sup>はフルオロアルキレン基、パーフルオロアルキレン基、フルオロポリオキシアリキレン基またはパーフルオロポリオキシアリキレン基、RはHまたはCH<sub>3</sub>)で示されるヨウ素含有単量体、

【0035】

【化6】



【0036】(式中、XはCN、COOH、COOR

(Rは炭素数1~10のフッ素原子を含んでもよいアルキル基)、mは0~5、nは1~3)、臭素含有単量体などがあげられ、通常、ヨウ素含有単量体などが好適である。

【0037】また、非エラストマー性セグメントである共重合体としては、

(1) VdF/TFE(0~100/100~0)、特にVdF/TFE(70~99/30~1)、PTFEまたはPVdF ;

(2) エチレン/TFE/HFP(6~43/40~81/10~30)、3,3,3-トリフルオロプロピレン-1,2-トリフルオロメチル-3,3,3-トリフルオロプロピレン-1/PAVE(40~60/60~40) ;

(3) TFE/CF<sub>2</sub>=CF-R<sub>f</sub><sup>1</sup>(非エラストマー性を示す組成範囲、すなわち、CF<sub>2</sub>=CF-R<sub>f</sub><sup>1</sup>が15モル%以下) ;

(4) VdF/TFE/CTFE(50~99/30~0/20~1) ;

(5) VdF/TFE/HFP(60~99/30~0/10~1) ;

(6) エチレン/TFE(30~60/70~40) ;

(7) ポリクロロトリフルオロエチレン(PCTFE E) ;

(8) エチレン/CTFE(30~60/70~40)などがあげられる。これらのうち、耐薬品性と耐熱性の点から、特にPTFEおよびTFE/CF<sub>2</sub>=CF-R<sub>f</sub><sup>1</sup>の非エラストマー性の共重合体为好ましい。

【0038】シリコン系エラストマーとしては、たとえばシリコンゴム、フルオロシリコンゴムなどがあげられる。

【0039】架橋性エラストマー組成物において、前記本発明のフィラーの配合量は架橋性エラストマー100重量部に対して1~150重量部、好ましくは5~100重量部である。フィラーの配合量が少ないと機械的強度が充分ではなく、多すぎると伸びなどに劣る。

【0040】このフィラー含有架橋性エラストマー組成物は、各種成形品の成形材料として、または各種エラストマー性成形物のコーティング用の材料として有用である。

【0041】成形用の架橋性エラストマー材料とするには、前記架橋性エラストマー100重量部に対して前記フィラーを1~150重量部、好ましくは5~100重量部、および架橋剤を0.05~10重量部、好ましくは0.5~5重量部含有させればよい。

【0042】架橋剤は架橋性エラストマーの架橋性基(キュアサイト)の種類によって適宜選定すればよい。

【0043】架橋系としては、たとえばパーオキサイド架橋系、ポリオール架橋系、ポリアミン架橋系、トリアジン架橋系、オキサゾール架橋系、イミダゾール架橋

系、チアゾール架橋系などにより行なうことができる。

【0044】パーオキサイド架橋に用いる有機過酸化物としては、加硫温度条件下でパーオキシラジカルを発生する公知有機過酸化物ならいずれでもよく、好ましい有機過酸化物は、ジ-*tert*-ブチルパーオキサイド、ジクミルパーオキサイド、2, 5-ジメチル-2, 5-ジ(ペンゾイルパーオキシ)ヘキサン、2, 5-ジメチル-2, 5-ジ(*tert*-ブチルパーオキシ)ヘキサンなどである。

【0045】ポリオール架橋に用いる架橋剤としては、ビスフェノールA、ビスフェノールAFなどの多価アルコール化合物があげられる。

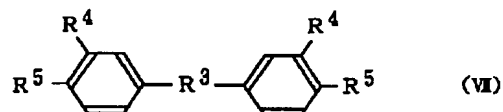
【0046】ポリアミン架橋に用いる架橋剤としては、ヘキサメチレンジアミンカルバメート、N, N'-ジシナミリデン-1, 6-ヘキサンジアミン、4, 4'-ビス(アミノシクロヘキシル)メタンカルバメートなどの多価アミン化合物があげられる。

【0047】トリアジン架橋に用いる架橋剤としては、テトラフェニルスズ、トリフェニルスズなどの有機スズ化合物があげられる。

【0048】オキサゾール架橋系、イミダゾール架橋系、チアゾール架橋系に使用する架橋剤としては、たとえば式(VI)：

【0049】

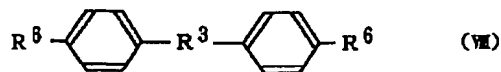
【化7】



【0050】(式中、R<sup>3</sup>は-SO<sub>2</sub>-, -O-, -CO-, 炭素数1~6のアルキレン基、炭素数1~10のパーフルオロアルキレン基または単結合手であり、R<sup>4</sup>およびR<sup>5</sup>は一方が-NH<sub>2</sub>であり他方が-NH<sub>2</sub>、-OHまたは-SH、好ましくはR<sup>4</sup>およびR<sup>5</sup>のいずれも-NH<sub>2</sub>である)で示されるビスジアミノフェニル系架橋剤、ビスアミノフェノール系架橋剤、ビスアミノチオフェノール系架橋剤、式(VII)：

【0051】

【化8】



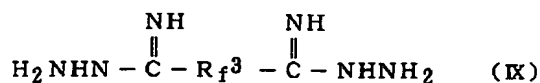
(式中、R<sup>3</sup>は前記と同じ、R<sup>6</sup>は  $-\text{C} \begin{matrix} \nearrow \text{NH} \\ \searrow \text{NHNH}_2 \end{matrix}$

または  $-\text{C} \begin{matrix} \nearrow \text{NOH} \\ \searrow \text{NH}_2 \end{matrix}$  )

【0052】で示されるビスアミドラゾン系架橋剤、式(VIII)または(IX)：

【0053】

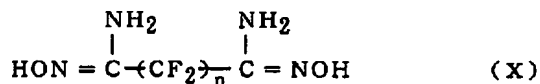
【化9】



【0054】(式中、R<sup>3</sup>は炭素数1~10のパーフルオロアルキレン基)、

【0055】

【化10】

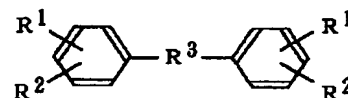


【0056】(式中、nは1~10の整数)で示されるビスアミドキシム系架橋剤などがあげられる。これらのビスアミノフェノール系架橋剤、ビスアミノチオフェノール系架橋剤またはビスジアミノフェニル系架橋剤などは従来ニトリル基を架橋点とする架橋系に使用していたものであるが、カルボキシル基およびアルコキシカルボニル基とも反応し、オキサゾール環、チアゾール環、イミダゾール環を形成し、架橋物を与える。

【0057】特に好ましい架橋剤としては複数個の3-アミノ-4-ヒドロキシフェニル基、3-アミノ-4-メルカプトフェニル基または式：

【0058】

【化11】



【0059】(式中、R<sup>3</sup>は前記と同じ、R<sup>1</sup>とR<sup>2</sup>は前記のR<sup>4</sup>およびR<sup>5</sup>と同じ)で示される3, 4-ジアミノフェニル基を有する化合物があげられ、具体的には、たとえば2, 2-ビス(3-アミノ-4-ヒドロキシフェニル)ヘキサフルオロプロパン(一般名：ビス(アミノフェノール)AF)、2, 2-ビス(3-アミノ-4-メルカプトフェニル)ヘキサフルオロプロパン、テトラアミノベンゼン、ビス-3, 4-ジアミノフェニルメタン、ビス-3, 4-ジアミノフェニルエーテル、2, 2-ビス(3, 4-ジアミノフェニル)ヘキサフルオロプロパンなどである。

【0060】架橋剤の配合量は、架橋性エラストマー100重量部に対し、通常0.05~10重量部、好ましくは1~5重量部である。0.05重量部より少ないと、架橋性エラストマーが充分架橋されず、一方10重量部を超えると、架橋物の物性を悪化させる。

【0061】本発明、特にコーティング用の材料として使用する場合は、さらに多官能性共架橋剤などの架橋剤を用いることができる。使用する多官能性共架橋剤としては、たとえばトリアリルシアヌレート、トリメタアリルイソシアヌレート、トリアリルイソシアヌレート、トリアクリルホルマール、トリアリルトリメリテート、N, N'-m-フェニレンビスマレイミド、ジアリルフ

タレート、テトラ アリルテレフタルアミド、トリス（ジアリルアミン）-S-トリアジン、亜リン酸トリアリル、N, N-ジアリルアクリルアミド、1, 6-ジビニルデカフルオロヘキサンに代表されるビスオレフィンなどがあげられる。

【0062】架橋助剤の配合量は、架橋性エラストマー100重量部に対し、通常0.1~10重量部、好ましくは0.5~5重量部である。

【0063】架橋助剤の含有量が0.1重量部より少ないと、架橋性エラストマーが充分架橋されず、一方10重量部を超えると架橋物の伸びが低下する。

【0064】本発明において、特に高純度かつ非汚染性が要求されない分野では、必要に応じて架橋性エラストマー組成物に配合される通常の添加物、たとえば充填剤、加工助剤、可塑剤、着色剤などを配合することができ、前記のものとは異なる常用の架橋剤や架橋助剤を1種またはそれ以上配合してもよい。

【0065】本発明の組成物および成形用またはコーティング用材料は、上記の各成分を、通常のエラストマー用加工機械、たとえば、オープンロール、バンバリーミキサー、ニーダーなどを用いて混合することにより調製することができる。この他、密閉式混合機を用いる方法やエマルジョン混合から共凝析する方法によっても調製することができる。

【0066】上記組成物および材料から予備成形体を得る方法は通常の方法でよく、金型にて加熱圧縮する方法、加熱された金型に圧入する方法、押出機で押出す方法など公知の方法で行なうことができる。ホースや電線などの押出製品の場合は押出後も形を保持することが可能なので、架橋剤を使用せずに押出した予備成形体をそのまま用いることができる。もちろん架橋剤を使用してスチームなどによる加熱架橋を施した予備成形体を用いることも可能である。またO-リングなどの型物製品で未架橋状態では離型後も形を保持することが困難な場合は、架橋剤を使用してあらかじめ架橋した予備成形体を用いることにより実施可能となる。

【0067】またパーオキサイド架橋を行なう場合、通常架橋性エラストマーの架橋条件下で行なうことができる。たとえば、金型に入れ、加圧下において120~200℃で1~60分間保持することによってプレス架橋を行ない、続いて120~250℃の炉中で0~48時間保持することによってオープン架橋を行なうと、架橋物を得ることができる。

【0068】本発明においてビスアミノフェノールなど

の架橋剤を用いてオキサゾール架橋を行なう場合、通常架橋性エラストマーの架橋条件下で行なうことができる。たとえば、金型に入れ、加圧下において120~250℃で1~60分間保持することによって、プレス架橋を行ない、続いて120~320℃の炉中で0~48時間保持することによってオープン架橋を行なうと、架橋物を得ることができる。また公知の架橋性エラストマーの架橋方法、たとえばポリアミン架橋やポリオール架橋、パーオキサイド架橋の配合にビス（アミノフェノール）AFなどを添加して併用架橋することもできる。

【0069】また、カルボキシル基をビスジアミノフェニル系架橋剤で架橋するイミダゾール架橋は、カルボキシル基を末端以外に有するカルボキシル含有ポリマーに最適であり、比較的低い架橋温度（たとえば150~230℃、好ましくは170~200℃）で良好な物性をもつ架橋物を与える。

【0070】半導体関連製造装置などの非汚染性を強く求められる用途のばあい、架橋剤などを添加せずに高エネルギー線架橋するのが好ましい。架橋源としては、 $\alpha$ 線、 $\beta$ 線、 $\gamma$ 線、X線などの放射線、電子線、紫外線などが用いられる。

【0071】予備成形体に照射される高エネルギー線は、たとえば電子線の場合、照射線量は5~500kGyが好ましく、さらに10~300kGyが好ましい。5kGyよりも少ないと電子線の照射による機械的強度の改善が不十分となり、500kGyより多いとエラストマーの崩壊が進行し、分子間結合が一部切断されて成形体の機械的強度が低下する。また、機械的強度の改善のためには線量率は500kGy/hr以上が好ましく、さらに1000kGy/hrが好ましい。

【0072】本発明は上記組成物または成形用材料を架橋成形して得られる成形品に関する。さらに、上記コーティング用材料でエラストマー性成形物を被覆し架橋して得られる被覆成形品にも関する。

【0073】被覆されるエラストマー性成形物としては、各種のエラストマー性の材料で作製された物品が使用できるが、特に耐熱性の点からフッ素系エラストマーやシリコン系エラストマーなどが好ましい。

【0074】本発明の成形品および被覆成形品はつぎの表1、表2および表3に示す分野の各種成形品として有用である。

【0075】

【表1】

表 1

業界	分野	最終製品	最終品	部品
電気	半導体関連	平準体製造装置	CVD装置	O(角)リング、パッキン、シール材、チューブ、ロール、ホース
		液晶パネル製造装置	ウエットETCHING装置	コーティング、ライニング、ガスケット、ダイアフラム、ホース
		プラズマパネル製造装置	酸化拡散装置	
輸送機	自動車		スパッタリング装置	
			洗浄装置	
		自動車	イオン注入装置	ガスケット、シャフトシール、バルブシステムシール、シール材、ホース
航空機	航空機		エンジン並びに周辺装置	ホース、シール材
			AT装置	O(角)リング、チューブ、パッキン、バルブ芯材、ホース、シール材、ダイアフラム
			燃料系統並びに周辺装置	ダイアフラム、O(角)リング、バルブ、チューブ、パッキン、ホース、シール材
化学	化学	航空機	燃料系統	
		ロケット	燃料系統	同上
		船舶	燃料系統	同上
機械	薬品	化学	医薬、農薬、塗料、樹脂、等化学品製造工程	ライニング、バルブ、パッキン、ロール、ホース、ダイアフラム、O(角)リング、チューブ、シール材
		写真	(石油)	
		印刷	薬性	薬性
食品	分析・理化学機	写真	フィルム現像機	ロール
		印刷	X線フィルム現像機	ロール
		塗装	印刷ロール	ロール
金属	鉄鋼	鉄板加工設備	塗装ロール	ロール
		鉄板加工設備	食品製造工程	チューブ
		鉄板加工設備	鉄板加工ロール	ライニング、バルブ、パッキン、ロール、ホース、ダイアフラム、O(角)リング、チューブ、シール材

【0076】

【表2】

表 2

業界	基本ニーズ
電気	耐プラズマ性、耐酸性、耐アルカリ性、耐アミン性、耐オゾン性、耐ガス性、耐薬品性、クリーン性、耐熱性
輸送機	耐熱性、耐アミン性
	耐熱性、耐アミン性
	耐燃料性、燃料透過性、耐熱性
	耐燃料性、燃料透過性、耐熱性
	耐燃料性、燃料透過性、耐熱性
	耐燃料性、燃料透過性、耐熱性
化学	耐薬品性、耐溶剤性、耐熱性
	耐薬品性、耐溶剤性、耐熱性
	クリーン性
機械	耐薬品性
	耐薬品性
	耐溶剤性
	耐溶剤性
食品	耐薬品性、耐溶剤性、耐熱性
金属	耐熱性、耐酸性

【0077】

【表3】



表 3

業界	具 体 名 称
電気	該当製品装置のゲートバルブのＯリング、シール材
	該当製品装置のクォーツウィンドウのＯリング、シール材
	該当製品装置のチャンバーのＯリング、シール材
	該当製品装置のゲートのＯリング、シール材
	該当製品装置のベルジャヤーのＯリング、シール材
	該当製品装置のカップリングのＯリング、シール材
	該当製品装置のポンプのＯリング、シール材
	該当製品装置の半導体用ガス制御装置のＯリング、シール材
	レジスト現像液、剥離液用のＯリング、シール材
	ウェハー洗浄液用のＯリング、シール材
	該当製造装置のポンプのダイヤフラム
	レジスト現像液、剥離液用のホース
	ウェハー洗浄液用のホース、チューブ
	ウェハー搬送用のロール
	レジスト現像液槽、剥離液槽のライニング、コーティング
	ウェハー洗浄液槽のライニング、コーティング
	ウェットエッチング槽のライニング、コーティング
輸送機	エンジンヘッドガスケット
	メタルガスケット
	クランクシャフトシール
	カムシャフトシール
	バルブステムシール
	マニホールドパッキン
	オイルホース
	ATFホース
	インジェクターＯリング
	インジェクターパッキン
化学	燃料ポンプＯリング、ダイヤフラム
	燃料ホース
機械	現像ロール
	現像ロール
	グラビアロール
	ガイドロール
	磁気テープ製造塗工ラインのグラビアロール
	磁気テープ製造塗工ラインのガイドロール
食品	各種コーティングロール
金属	

【0078】特に具体的には次のような半導体製造装置に組み込んで用いることができる。

【0079】(1) エッチング装置

ドライエッチング装置

プラズマエッチング装置

反応性イオンエッチング装置

反応性イオンビームエッチング装置

スパッタエッチング装置

イオンビームエッチング装置

ウェットエッチング装置

アッシング装置

(2) 洗浄装置

乾式エッチング洗浄装置

UV/O<sub>3</sub>洗浄装置

イオンビーム洗浄装置

レーザービーム洗浄装置

プラズマ洗浄装置

ガスエッチング洗浄装置

抽出洗浄装置

ソックスレー抽出洗浄装置

高温高圧抽出洗浄装置

マイクロウェーブ抽出洗浄装置

超臨界抽出洗浄装置

(3) 露光装置

ステッパー

コータ・デベロッパ

(4) 研磨装置

CMP装置

(5) 成膜装置

CVD装置

スパッタリング装置

(6) 拡散・イオン注入装置

酸化拡散装置

イオン注入装置

これらのうち、特にプラズマ処理が行なわれる装置、たとえばCVD装置、プラズマエッチング装置、反応性イオンエッチング装置、アッシング装置、エキシマレーザー露光機のシール材として優れた性能を発揮する。

【0080】

【実施例】つぎに本発明を実施例をあげて説明するが、本発明はかかる実施例のみに限られるものではない。

【0081】実施例1

ポリイミドフィルムをガラス製のシャーレに入れ窒素雰囲気にて150℃で60分間加熱し、サンプルを作製した。

【0082】このサンプルについて、つぎの条件下でプラズマ照射処理を施し、照射前後の重量を測定して重量変化を調べた。結果を表4に示す。

【0083】使用プラズマ照射装置：マーチ・インストルメンツ (March Instruments) 社製のPX-1000

【0084】照射条件：

酸素プラズマ照射処理

ガス流量：200 sccm

RF出力：400W

圧力：280ミリトル

エッチング時間：54分間

CF<sub>4</sub>プラズマ照射処理

ガス流量：200 sccm

RF出力：400W

圧力：280ミリトル

エッチング時間：54分間

【0085】照射操作：プラズマ照射装置のチャンバー内の雰囲気安定させるために、チャンバー前処理として5分間かけて実ガス空放電を行なう。ついでサンプルを入れたシャーレをRF電極の中心部に配置し、上記の条件で照射する。

【0086】重量測定：シャルトリウス (Sartorius) ・GMBH (株)製の電子分析天秤2006MPEを使用し、0.01mgまで測定し0.01mgの桁を四捨五入する。

【0087】サンプルは1種類につき3個使用し、平均で評価する。

【0088】比較例1

フィラーとして黒鉛化カーボンブラック (東海カーボン (株)製の#3885。平均粒径15μm)を用いたほかは実施例1と同様にしてプラズマ照射し、照射前後の重量変化を調べた。結果を表4に示す。

【0089】比較例2

フィラーとしてポリテトラフルオロエチレン粉末 (ダイキン工業 (株)製のルプロンL5F。平均粒径5μm)を用いたほかは実施例1と同様にしてプラズマ照射し、照射前後の重量変化を調べた。結果を表4に示す。

【0090】比較例3

フィラーとしてルチル型酸化チタン粉末 (富士チタン (株)製のTM-1。平均粒径0.40μm)を用いたほかは実施例1と同様にしてプラズマ照射し、照射前後の重量変化を調べた。結果を表4に示す。

【0091】比較例4

フィラーとして乾式シリカ ((株)龍森製の1-FX。平均粒径0.38μm)を用いたほかは実施例1と同様にしてプラズマ照射し、照射前後の重量変化を調べた。結果を表4に示す。

【0092】

【表4】

表 4

	照射面積 (cm <sup>2</sup> )	酸素プラズマ照射処理				CF <sub>4</sub> プラズマ照射処理			
		照射前 (g)	照射後 (g)	重量差 (g)	重量変化 (mg/cm <sup>2</sup> ・hr)	照射前 (g)	照射後 (g)	重量差 (g)	重量変化 (mg/cm <sup>2</sup> ・hr)
実施例1	18.1	16.0001	15.9968	-0.0033	-0.3646	16.0019	16.0002	-0.0017	-0.1878
比較例1	18.1	20.1771	20.0131	-0.1640	-10.0675	20.0009	20.0414	0.0405	2.4862
比較例2	14.5	17.2739	17.1441	-0.1298	-9.9464	17.1397	17.1392	-0.0005	-0.0383
比較例3	14.5	18.5366	18.5378	0.0012	0.0920	18.5364	18.4721	-0.0643	-4.9272
比較例4	14.5	16.4553	16.4565	0.0012	0.0920	16.4548	16.3998	-0.0550	-4.2146

【0093】表4から明らかなように、カーボンブラック (比較例1) およびポリテトラフルオロエチレン粉末 (比較例2) では酸素プラズマ照射により大きく重量が

減少しており、また酸化チタン粉末 (比較例3) および乾式シリカ (比較例4) ではCF<sub>4</sub>プラズマ照射により大きく重量減少が生じている。なお、比較例1のCF<sub>4</sub>

プラズマ照射において重量が増加しているが、これはC F<sub>4</sub>プラズマによりカーボンブラックは一部フッ素化されたためと考えられる。これらに対し、本発明のフィラーでは酸素プラズマ照射およびC F<sub>4</sub>プラズマ照射のいずれにおいても極めて重量が安定していることがわかる。

【0094】

【発明の効果】本発明によれば、酸素プラズマ照射およびC F<sub>4</sub>プラズマ照射のいずれにおいても重量変化が小さいので、架橋性エラストマーに配合するときには、極めて異物の混入を嫌う半導体製造装置における封止のためのシール材など用の組成物、さらにはシール材といった成形品を提供できる。

フロントページの続き

(51)Int. Cl. <sup>7</sup>	識別記号	F I	ターム(参考)
C 08 K 5/3477		C 08 K 5/3477	5 F 004
C 08 L 27/12		C 08 L 27/12	
83/04		83/04	
C 09 D 7/12		C 09 D 7/12	A
127/12		127/12	
C 09 K 3/10		C 09 K 3/10	G
			M
			Z
H 01 L 21/3065		H 01 L 21/302	B

(72)発明者 山外 隆文  
大阪府摂津市西一津屋1番1号 ダイキン  
工業株式会社淀川製作所内  
(72)発明者 岸根 充  
大阪府摂津市西一津屋1番1号 ダイキン  
工業株式会社淀川製作所内

Fターム(参考) 4F006 AA18 AA42 AB19 AB39 CA08  
DA04  
4F071 AA26 AA60 AA67 AE02 AG16  
BC01 BC07  
4H017 AA03 AA04 AA39 AB12 AB15  
AB17 AD06 AE05  
4J002 BD14W BD15W BD16W CF16X  
CH09X CM05X CN01X CN03X  
CP03W CP08W EH146 EJ036  
EK036 EK056 EN086 EN096  
EN106 EN116 ER016 ES016  
EU026 EU196 EV226 EW066  
EZ016 FD146 GH01 GH02  
GJ02 GQ00  
4J038 CD091 CD121 CD131 DF052  
DJ022 DJ052 DK002 DK012  
KA08 MA02 PB09  
5F004 AA15 AA16 BB29 BB30 BC01  
DA01 DA26